

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-131083

(43)公開日 平成11年(1999) 5月18日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 1 0 M 105/54

C 1 0 M 105/54

107/38

107/38

G 1 1 B 5/72

G 1 1 B 5/72

// C 1 0 N 40:18

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平9-274875

(22)出願日 平成9年(1997)10月7日

(31)優先権主張番号 特願平9-235221

(32)優先日 平9(1997)8月29日

(33)優先権主張国 日本(J P)

(71)出願人 000002004

昭和電工株式会社

東京都港区芝大門1丁目13番9号

(72)発明者 加藤 順也

千葉県千葉市緑区大野台1-1-1 昭和  
電工株式会社総合研究所内

(72)発明者 田口 勇

千葉県千葉市緑区大野台1-1-1 昭和  
電工株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 志賀 正武 (外11名)

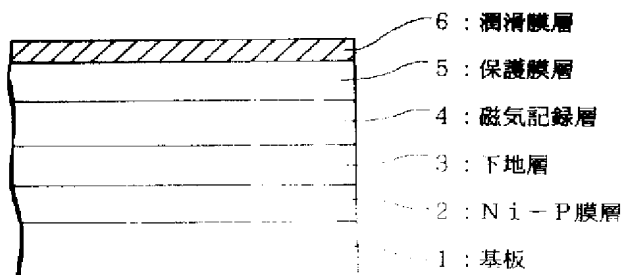
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリエーテル化合物及び磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 優れた表面潤滑特性及び耐摩耗性を有し、磁気ヘッドの低浮上化に対応した平滑な基板の場合であっても、良好な摺動耐久性と長期にわたる充分な安定性とを有する信頼性の高い磁気記録媒体を得る。

【解決手段】 非磁性の基板1上に直接または下地層3を介して形成された磁気記録層4上に保護膜層5が積層されてなる磁気記録媒体において、この保護膜層5上に、分子末端にアミノアルコール基を有する新規フルオロポリエーテル化合物からなる潤滑膜層6を形成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の式(1)



(式中、Zは、次式(2)、(3)、(4)及び/又は(5))



で表される構造の基であり、式(6)において $R^1$ 及び $R^2$ は水素原子または炭素数1～10の直鎖状、分岐状もしくは環状の飽和または不飽和アルキル基を表し、かつ $L^2$ は末端基 $-A^2-Q$ であり、 $A^2$ は直接結合または $-CH_2O-$ 、 $-CF_2CH_2O-$ 、 $-CF_2CF_2CH_2O-$ ※



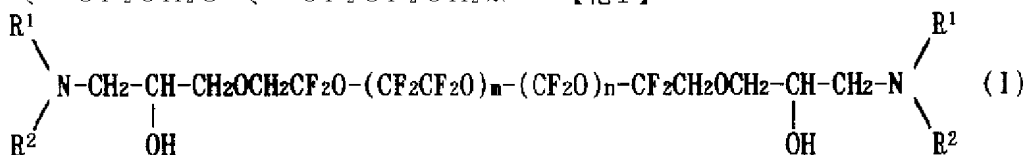
で表される構造を繰り返し単位とする高分子鎖であり、 $L^1$ はフッ素原子又は末端基 $Q-A^1-$ であり、 $A^1$ は直接結合または $-OCH_2O-$ 、 $-OCH_2CF_2O-$ 、 $-OCH_2CF_2CF_2O-$ であり、 $Q$ は次式(6)

※ $O-$ である)で表される構造を有することを特徴とする  
10 ポリエーテル化合物。

【請求項2】 ポリエーテル化合物が下記一般式(I)

～(I I I)

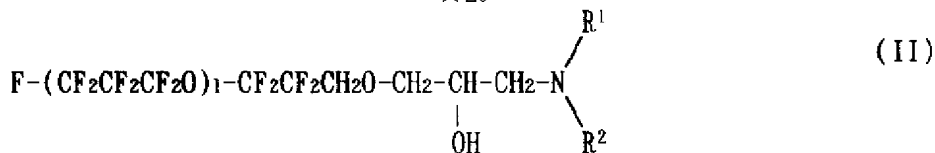
【化1】



(式中、m、nは正の整数を表し、 $R^1$  および $R^2$  は前記と同じである)

★【化2】

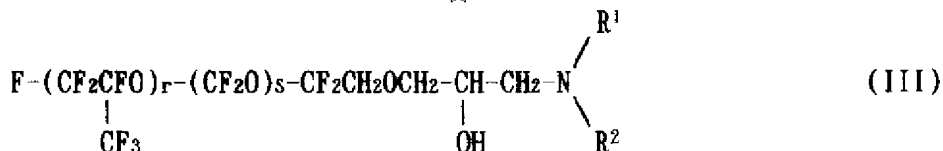
★20



(式中、1は正の整数を表し、 $R^1$  および $R^2$  は前記と同じである)

☆【化3】

☆



(式中、r、sは正の整数を表し、 $R^1$  および $R^2$  は前記と同じである)で表される化合物の何れかであることを特徴とする請求項1に記載のポリエーテル化合物。

【請求項3】 非磁性基板上に直接または下地層を介して形成された磁気記録層上に保護膜層が積層されてなる磁気記録媒体において、この保護膜層上に前記請求項1に記載のポリエーテル化合物により形成された潤滑膜層が形成されたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項4】 ポリエーテル化合物が、前記請求項2に記載の化合物の何れかであることを特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 ポリエーテル化合物の数平均分子量が500～10000であることを特徴とする請求項4に記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規なポリエーテル化合物、更に詳しくは分子末端にアミノアルコール基◆50

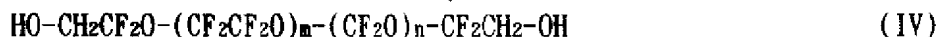
◆を有するフルオロポリエーテル化合物、およびこれを用いて摺動面に形成される潤滑膜層を備えた磁気ディスクに使用する磁気記録媒体、いわゆるハードディスクに関する。

【0002】

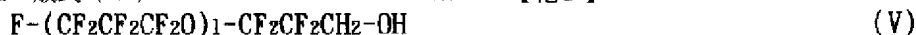
【従来の技術】薄膜型の磁気記録媒体は一般に、強磁性金属またはその合金をスパッタ、蒸着、無電解めっき等によって非磁性基板上に被着させて製造される。この磁気記録媒体は、実際の使用時にしばしば磁気ヘッドと磁気記録媒体とが高速で接触摺動するので、摩耗損傷を受けたり、磁気特性の劣化を起こしたりする。このため、磁性層上に保護膜層や潤滑膜層を設けることによって接触摺動の際の静摩擦および動摩擦を極力低減させ、耐摩耗性を向上させることが行われている。

【0003】このような保護膜層としては従来から、炭素質膜、 $SiO_2$ 、 $ZrO_2$ 等の酸化物膜、窒化物膜、ホウ化物膜等が一般的に利用され、また潤滑膜層としては、一般に、液状のパフルオロポリエーテル化合物が

ディスク表面に塗布されて用いられている。代表的なパーフルオロポリエーテル化合物の例としては、一般式 (IV)



【0005】(式中、 $m$ 、 $n$ は正の整数を表す)で表されるもの、または一般式 (V)



【0007】(式中、 $1$ は正の整数を表す)で表される化合物等が知られており、工業的に用いられている。

【0008】前記のように、磁気記録媒体の使用時には、磁気ヘッドと磁気ディスクとがしばしば高速で接触摺動する。すなわち、磁気記録媒体(特にハードディスク)の起動時には、ディスク媒体が停止状態から急速に回転加速されるのに伴って摺動しながらヘッドが浮上し、一方、電源が切断されてディスク媒体を回転させているモーターが停止すると、ディスク媒体とヘッドとが高速で接触して摺動する(CSS: Contact-Start-Stop方式)。

【0009】一方近年では、面記録密度を高める目的でヘッドの低浮上化並びにディスク回転の高速化が進められており、媒体基板はより平滑にされる傾向にある。この場合、潤滑膜層を設けて静/動摩擦係数を低減することは、前記の接触摺動によって生ずる摩擦損傷や磁気特性の劣化を抑制する目的では極めて有効であるものの、液状化合物で形成されたこの潤滑膜層の膜厚が厚い場合には、ヘッドとディスクとの間に吸着現象が生じやすいため静摩擦係数が増加し、時にはヘッドがディスクに張り付いたまま動作不能となる。特に媒体基板が平滑であるほどヘッドとの接触面積が大きくなるため、この吸着現象が発生しやすくなる。逆に潤滑膜層の膜厚が薄い場合には前記吸着現象の発生は抑制できるものの、十分な耐久性が得られずに高速の接触摺動に起因する摩擦損傷や磁気特性の劣化が生じやすくなる。

【0010】そこで、潤滑膜層に用いる潤滑剤を精選することにより前記の問題を解消しようとする試みが種々行われている。例えば、前記一般式 (IV) の化合物は分子鎖の両末端に水酸基( $-\text{CH}_2\text{OH}$ )を有しているため、この水酸基に保護膜層表面との相互作用を発現させることにより、比較的良好な耐摺動特性を付与することができる。またこれ以外にも、末端基として主にヘテロ元素を含む芳香族残基を導入することによりアンカー機能を付与したパーフルオロポリエーテル化合物が提案されている(特開昭61-155345号公報)。更に、特定のアルキルアミノ基( $-\text{CH}_2\text{NR}_1\text{R}_2$ )を有するパーフルオロポリエーテル化合物(特開平7-320255号公報)や、ウレアあるいはウレタン結合を有するパーフルオロポリエーテル化合物(特開平8-301837号公報)を用いる方法等も提案されている。この他にも、酸性官能基を持つフルオロポリエーテル化合物と塩基性官能基を持つフルオロポリエーテル化合物と★50

\*【0004】  
【化4】

\*【0006】

※【化5】

★を混合し、イオン架橋を形成させることにより潤滑剤の飛散を抑制する方法(特開平5-205253号公報)のように数種類の潤滑剤を混合して用いる方法も提案されている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】しかしこれらの潤滑剤分子は、保護膜層表面への吸着が依然十分でないため、特にディスク表面形状が平滑である場合には、ヘッドの吸着を生じやすく静摩擦係数が大きくなるという問題がある。一方、特開平5-205253号公報の例のように、架橋体を形成させた場合には、潤滑剤分子の運動性が大きく抑制されるため潤滑膜層を厚く(約100Å)形成させなければ摩擦係数が十分小さくならないという問題がある。

【0012】このように保護膜層表面に対する潤滑剤分子の吸着は、小さすぎても大きすぎても良好な摩擦特性が得られないので、適度な吸着量に制御する必要がある。更に、分解劣化等を起こすことなく長期にわたって安定に存在するような分子構造が求められる。本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、潤滑膜層を形成するパーフルオロポリエーテル分子鎖の末端を、保護膜層を形成する材料と親和性が高くかつ必要以上に強固な結合を形成しない構造とすることによって、潤滑特性並びに長期使用安定性に優れた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

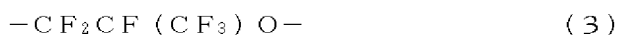
【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、パーフルオロポリエーテルの分子鎖の末端にアミノアルコール基を導入した構造とすることによって、保護膜層を形成する材料と良好な親和性を有し、潤滑膜層として用いた場合に優れた潤滑特性/耐摺動特性を発現させ、前記の課題を解決できることを見だし、本発明を完成させた。

【0014】すなわち本発明は、下記式(1)



(式中、 $\text{Z}$ は、次式(2)、(3)、(4)及び/又は(5)



で表される構造を繰り返し単位とする高分子鎖であり、 $\text{L}^1$ はフッ素原子又は末端基 $\text{Q}-\text{A}^1-$ であり、 $\text{A}^1$ は

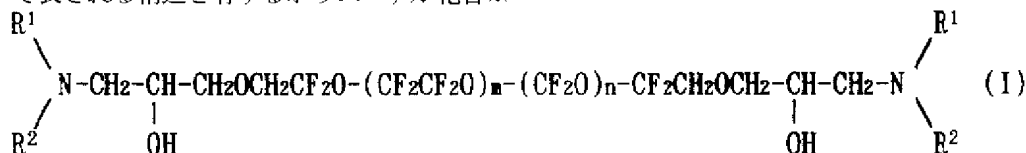
5

6

直接結合または $-\text{OCH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CF}_2\text{O}-$ 、 $\ast \ast -\text{OCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}-$ であり、Qは次式(6)



で表される構造の基であり、式(6)において $\text{R}^1$ 及び $\text{R}^2$ は水素原子または炭素数1～10の直鎖状、分岐状もしくは環状の飽和または不飽和アルキル基を表し、かつ $\text{L}^2$ は末端基 $-\text{A}^2-\text{Q}$ であり、 $\text{A}^2$ は直接結合または $-\text{CH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{CH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{O}-$ である)で表される構造を有するポリエーテル化合物※



【0017】(式中、 $m$ 、 $n$ は正の整数を表し、 $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は前記と同じである)

※物を提供する。

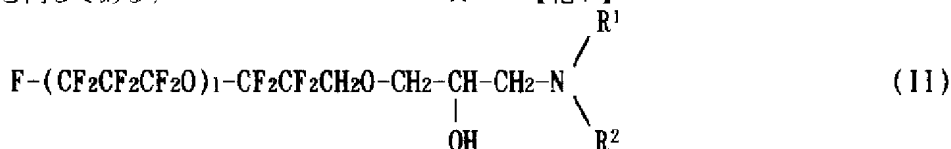
【0015】前記において、ポリエーテル化合物は下記一般式(I)～(III)

【0016】

【化6】

★【0018】

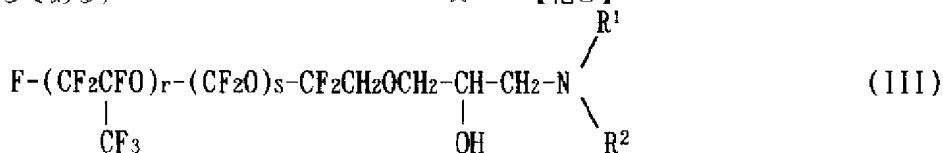
★【化7】



【0019】(式中、 $1$ は正の整数を表し、 $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は前記と同じである)

☆【0020】

☆【化8】



【0021】(式中、 $r$ 、 $s$ は正の整数を表し、 $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は前記と同じである)で表される化合物の何れかであることが好ましい。

【0022】本発明はまた、非磁性基板上に直接または下地層を介して形成された磁気記録層上に保護膜層が積層されてなる磁気記録媒体において、この保護膜層上に前記の何れかのポリエーテル化合物により形成された潤滑膜層が形成された磁気記録媒体を提供する。前記において、ポリエーテル化合物の数平均分子量は500～10000であることが好ましい。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。前記の式(1)で表される本発明のポリエーテル化合物は、ポリエーテル主鎖Zと末端単位 $\text{L}^1$ および $\text{L}^2$ から構成される。ポリエーテル主鎖部Zは、繰返し単位として前記の式(2)～式(5)の1種～4種を有するが、好ましくは1種のみ繰返し単位を有するか、あるいは2種または3種の繰返し単位を有する。2種以上の繰返し単位を有する場合は、ブロック型、ランダム型の何れであってもよいが、通常はランダム型となる。繰返し単位の総数はその繰返し単位の種類によって異なるが、3～150の範囲内が適当である。好ましくは6～60の範囲内であり、特に耐久性を向上させ

◆るためには、分子量(数平均)を500～10000の範囲内とすることが好ましく、これに合わせて繰返し単位の総数を設定することが好ましい。

【0024】末端単位 $\text{L}^1$ はフッ素原子または基 $\text{Q}-\text{A}^1$ であり、 $\text{L}^2$ は $-\text{A}^2-\text{Q}$ である。ここで $\text{A}^1$ は直接結合または $-\text{OCH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CF}_2\text{O}-$ 、 $-\text{OCH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}-$ で表される非フッ素化のメチレン単位( $-\text{CH}_2-$ )を含んだ構造の結合単位である。また $\text{A}^2$ は直接結合または $-\text{CH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{CH}_2\text{O}-$ 、 $-\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{O}-$ で表される非フッ素化のメチレン単位を含んだ構造の結合単位である。

【0025】また前記のQは、前記式(6)で表される構造のアミノアルコール基である。式(6)中の $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ は、水素原子、または炭素数1～10の直鎖状、分岐状もしくは環状の飽和または不飽和アルキル基である。 $\text{R}^1$ および $\text{R}^2$ のアルキル基の例としては、例えばメチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、アリル基、sec-プロピル基、 $n$ -ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、 $n$ -ペンチル基、シクロペンチル基、 $n$ -ヘキシル基、シクロヘキシル基、 $n$ -ヘプチル基、 $n$ -オクチル基、 $n$ -ノニル基、 $n$ -デシル基等を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

【0026】次に、本発明において特に好ましい前記一

般式(I)～(III)で表されるポリエーテル化合物について説明する。前記一般式(I)において、 $m$ 、 $n$ は正の整数を表す。 $m$ 及び $n$ の係数が掛かる繰返し単位： $(CF_2CF_2O)$ 及び $(CF_2O)$ は、ブロック型あるいはランダム型の何れの配列でもよいが通常はランダム型である。 $m/n$ の組成比は特に限定されないが、概ね0.8～1.2の範囲内が適当である。

【0027】前記一般式(II)において、 $l$ は正の整数を表す。

【0028】前記一般式(III)において、 $r$ 、 $s$ は正の整数を表す。 $r$ 及び $s$ の係数が掛かる繰返し単位： $(CF_2CF(CF_3)O)$ 及び $(CF_2O)$ は、ブロック型あるいはランダム型の何れの配列でもよいが通常はランダム型である。 $r/s$ の組成比は特に限定されないが、概ね0.8～1.2の範囲内が適当である。

【0029】前記一般式(I)～(III)で表される化学構造のポリエーテル化合物の数平均分子量は、500～10000の範囲内であることが好ましい。分子量が500より小さいと高温の環境下で揮発し易いという問題があり、分子量が10000を越えると粘度が著しく上昇し、特に低温環境下では摩擦特性が低下し好ましくない。また塗布性においても実用上好ましくない。この観点から、更に好ましくは2000～8000の範囲内である。

【0030】本発明のポリエーテル化合物は、一般的には末端構造にグリシジル基(エポキシ基)を有する対応するポリエーテル化合物に2級以下のアミン化合物を付加反応させることにより容易に製造することができる。末端構造にグリシジル基を有するポリエーテル化合物は、例えば特開昭62-57418号公報に記載された方法により製造することができる。

【0031】本発明における磁気記録媒体としては、非磁性基板としてアルミニウム、ガラス、カーボン、チタン等のディスク基板、これに直接、又はニッケル/磷、チタン、ケイ素、アルマイト等の下地層を介してクロム、コバルト/クロム/タンタル、コバルト/クロム/白金、コバルト/白金/タンタル、コバルト/ニッケル/白金、コバルト/クロム/白金/ケイ素等の磁性膜を単独又は累積した磁気記録層を積層し、この磁気記録層の保護膜層として、カーボン、含水素カーボン、含窒素カーボン、含フッ素カーボン等のカーボン(炭素)系材料、シリカ、ジルコニア等のセラミックス系材料の保護膜層を設けたものが対象となる。特に、保護膜層としてカーボン、含水素カーボン、含窒素カーボン、含フッ素カーボン等のカーボン系材料を用いることが、本発明のポリエーテル化合物を用いて潤滑膜層を構成する場合に、この化合物と親和性が高い点において好ましい。ただし、その化学的組成について特に制限はない。保護膜層表面は、化学的状態を制御するために、必要なら、酸化性あるいは還元性気体又は液体による化学的処理、酸

性あるいは塩基性気体又は液体による化学的処理、更にはプラズマ処理、紫外線処理、加熱処理等を施してもよい。また、汚染物質の除去及び吸着水の制御のため、水又は有機溶剤による洗浄処理を施してもよい。磁気ディスクの径の大きさや、表面の平均粗さ等の物理的形状に関して特に制限はない。

【0032】本発明のポリエーテル化合物を潤滑膜層として磁気記録媒体上に成膜するには、該化合物をフッ素化炭化水素あるいはハロゲン化炭化水素、アルコール類、ケトン類、エーテル類、エステル類等の有機溶剤に溶解し、公知のディップコート法(浸漬法)、スピンコート法、スプレー法等を用いて塗布する方法が採用できる。有機溶剤としては、パーフルオロ化合物を溶解し易い点で、パーフルオロヘキサン、パーフルオロオクタン等のフッ素化炭化水素や、通称フロン113(1, 1, 2-トリクロロ-1, 2, 2-トリフルオロエタン)、HCF<sub>3</sub>CCl<sub>2</sub>5(一般的には1, 1-ジクロロ-2, 2, 3, 3-3-ペンタフルオロプロパン及び1, 3-ジクロロ-1, 1, 2, 2, 3-ペンタフルオロプロパンの混合物)等のハロゲン化炭化水素を用いることが好ましい。

【0033】本発明のポリエーテル化合物の中で、前記一般式(I)～(III)で表される化学構造のポリエーテル化合物は特に好ましく使用することができ、それぞれ単独で用いても、複数の種類を混合して用いてもよい。また本発明のポリエーテル化合物は、摩擦特性を低下させない範囲において、それ以外のポリエーテル化合物等の潤滑剤又は添加剤等を混合して用いてもよい。

【0034】成膜後には、必要なら加熱処理を行ってもよい。加熱処理条件は、ポリエーテル化合物の種類及び磁気記録媒体の種類により異なるので一概には決められないが、一般には250℃以下とすることが好ましい。過度に高温で処理すると、ポリエーテル化合物中の低分子量成分が揮発したり、分子の分解による劣化等の悪影響が生じる。

【0035】前記一般式(I)～(III)で表される化合物等、本発明のポリエーテル化合物を用いて形成される潤滑膜層の厚さは、30Å以下であることが好ましい。この厚さを越えると、磁気ヘッドが媒体上に接地した停止状態のときに、磁気ヘッドと媒体間に液状潤滑剤によるメニスカスが形成されやすくなるため吸着が大きくなる傾向がある。磁気記録密度向上の観点からは、潤滑膜層の厚さはヘッドクラッシュを起こさない限り小さいほうがよい。

【0036】

【実施例】以下、実施例によって本発明を更に詳しく説明するが、本発明がこれらの実施例によって限定されるものではない。以下の実施例において、「本化合物」とは本発明のポリエーテル化合物を意味する。

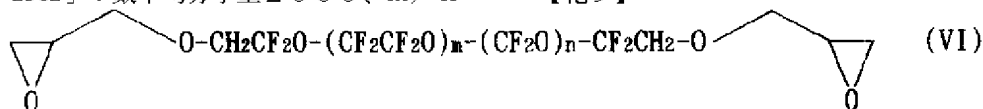
(実施例1)

本化合物(VII)の合成: 特開昭62-57418号  
公報の実施例に記載された方法を用いて、前記一般式  
(IV)で表されるポリエーテル化合物(アウジモント  
社製「FOMBLIN-ZDOL」: 数平均分子量2000、 $m/n$ ※

※=1) 20.00gから、分子末端にグリシジル基を有  
する下記一般式(VI)

【0037】

【化9】



【0038】で表される構造のポリエーテル化合物1  
9.50gを得た。次いで、このポリエーテル化合物に  
ジメチルアミン水溶液(50%)40mLを加え、室温  
下に4時間懸濁状態で攪拌することにより付加反応を行  
った。反応溶液から油相を分離し、100mLのHCF  
C225に溶解し、硫酸ナトリウム(無水)で脱水した  
後、ろ過した。HCF C225をロータリーエバポレータ  
で留去し、更に40℃で12時間真空乾燥することにより  
精製を完了した。収量は19.53gであった。NM  
Rスペクトルの分析値は以下の通りであった。

1H-NMR(CDC13;  $\delta$  ppm): 2.1~2.

2(m, 1H), 2.3(s, 6H), 2.4~2.5

(m, 1H), 3.5~3.7(m, 2H), 3.8~※

※4.0(m, 4H)

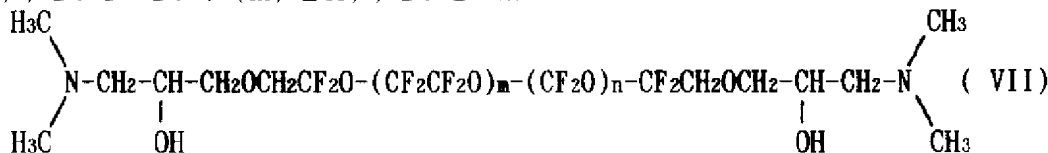
13C-NMR(CDC13;  $\delta$  ppm): 46, 6  
3, 68, 71.5, 76(何れも末端部分に帰属する  
ピーク)

19F-NMR(CDC13;  $\delta$  ppm): -91~  
-89(-CF2CF2O-部分に帰属するピーク), -8  
0~-78(-OCF2CH2O-部分に帰属するピー  
ク), -56~-52(-CF2O-部分に帰属するピー  
ク)

以上の結果より、生成物が下記的一般式(VII)

【0039】

【化10】



【0040】で表される本化合物(VII)であることを  
確認した。

【0041】(実施例2)

本化合物(VIII)の合成: tert-ブタノール25m  
L中に、前記一般式(V)で表されるポリエーテル化  
合物(ダイキン工業社製「DEMNUM SA-1」: 数平均分子  
量2000)20.00gとカリウム-tert-ブトキシ  
ド1.20gとを添加し、40℃で1時間攪拌して反応  
させた後、エピプロモヒドリン2.05gを滴下し、次  
いで80℃で6時間反応させ、末端にグリシジル基を有  
するポリエーテル化合物19.35gを得た。次いで実  
施例1と同様の条件でジメチルアミンとの反応を行い、  
その後に精製を行った。収量は19.37gであった。★

★NMRスペクトルの分析値は以下の通りであった。

1H-NMR(CDC13;  $\delta$  ppm): 2.1~2.

2(m, 1H), 2.3(s, 6H), 2.4~2.5

(m, 1H), 3.5~3.7(m, 2H), 3.8~

4.0(m, 4H)

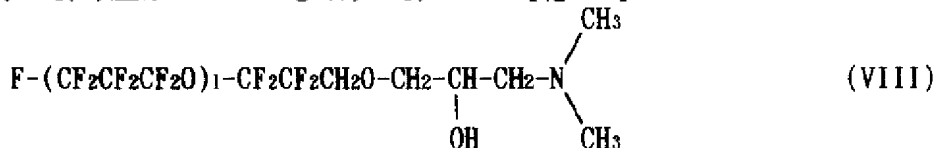
13C-NMR(CDC13;  $\delta$  ppm): 46, 6  
3, 68, 71.5, 76(何れも末端部分に帰属する  
ピーク)

19F-NMR(CDC13;  $\delta$  ppm): -131~  
-129, -85~-82

以上の結果より、生成物が下記的一般式(VIII)

【0042】

【化11】



【0043】で表される本化合物(VIII)であることを  
確認した。

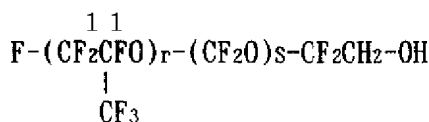
【0044】(実施例3)

本化合物(X)の合成: 実施例2において、前記一般式  
(V)で表されるポリエーテル化合物(ダイキン工業社☆

☆製「DEMNUM SA-1」)の代わりに、下記的一般式(I  
X)

【0045】

【化12】



12  
(IX)

【0046】で表されるポリエーテル（アウジモント社製「GALDEN MF402」：数平均分子量700、 $r/s=1$ ）7.00gを用いて、末端にグリシジル基を導入したポリエーテル化合物を6.86g得た。次いで実施例1と同様の条件でジメチルアミンと反応させ、その後に精製を行った。生成物の収量は6.80gであった。NMRスペクトルの分析値は以下の通りであった。

1H-NMR (CDCl<sub>3</sub>;  $\delta$  ppm): 2.1~2.3 (m, 1H), 2.3 (s, 6H), 2.4~2.5 (m, 1H), 3.5~3.7 (m, 2H), 3.8~\*

\* 4.0 (m, 4H)

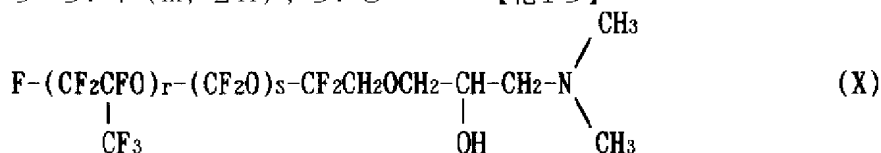
13C-NMR (CDCl<sub>3</sub>;  $\delta$  ppm): 46, 63, 68, 71.5, 76 (何れも末端部分に帰属するピーク)

19F-NMR (CDCl<sub>3</sub>;  $\delta$  ppm): -131~-130, -91~-89, -85~-83, -55~-53

以上の結果より、生成物が下記の一般式(X)

【0047】

【化13】



【0048】で表される本化合物(X)であることを確認した。

【0049】(実施例4)

本化合物(XI)の合成：実施例1において、ジメチルアミン水溶液の代わりに、50mLのHCF<sub>3</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>中ジエチルアミン7.31g溶液を用い、実施例1と同様の条件において反応を行った。反応終了後、過剰のジエチルアミン及びHCF<sub>3</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>をエバポレータで留去し、その後40℃で12時間真空乾燥することにより精製を完了した。生成物の収量は20.02gであった。NMRスペクトルの分析値は以下の通りであった。

1H-NMR (CDCl<sub>3</sub>;  $\delta$  ppm): 1.0~1.1 (t, 6H), 2.1~2.2 (m, 1H), 2.4~2.5 (m, 4H), 2.6~2.7 (m, 1H), \*

\* 3.5~3.7 (m, 2H), 3.8~4.0 (m, 4H)

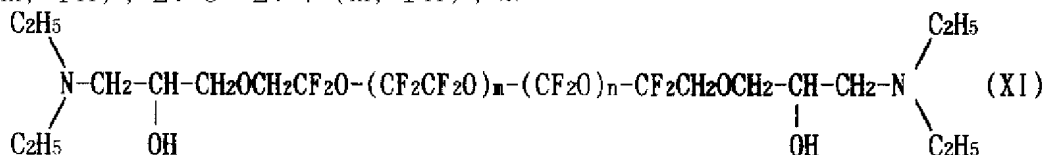
13C-NMR (CDCl<sub>3</sub>;  $\delta$  ppm): 15, 44, 63, 68, 71.5, 76 (何れも末端部分に帰属するピーク)

19F-NMR (CDCl<sub>3</sub>;  $\delta$  ppm): -91~-89 (-CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O-部分に帰属するピーク), -80~-78 (-OCF<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-部分に帰属するピーク), -56~-52 (-CF<sub>2</sub>O-部分に帰属するピーク)

以上の結果より、生成物が下記の一般式(XI)

【0050】

【化14】



【0051】で表される本化合物(XI)であることを確認した。

【0052】(実施例5)

磁気ディスク実施例の作製：図1に、本発明に係る磁気ディスク（ハードディスク）の断面図を示した。アルミニウム合金基板1上に、硬質下地層としてNi-Pめっき膜層2が13 $\mu$ m被覆され、次にスパッタリング法により下地層3としてCrを600Å、磁気記録層（磁性膜）4としてCo-Cr-Ta合金を400Å、更に保護膜層5としてカーボン200Å積層した。

【0053】潤滑剤として、実施例1で合成した本化合物(VII)を、フッ素系溶剤であるパーフルオロヘキサン中に0.03重量%となるように溶解して塗布用組

★成物を調製した。この潤滑剤を、前記保護膜層5の上面にディップ法により膜厚20Å及び30Å(X線光電子分光法を用いて測定)になるように塗布して潤滑膜6を形成し、実施例5の磁気ディスクを作製した。

【0054】(実施例6)

磁気ディスク実施例の作製：潤滑剤として実施例2で合成した本化合物(VIII)、数平均分子量2000を用いた以外は実施例5と同様にして実施例6の磁気ディスクを作製した。

【0055】(実施例7)

磁気ディスク実施例の作製：潤滑剤として実施例3で合成した本化合物(X, 数平均分子量700)を用いた以外は実施例5と同様にして実施例7の磁気ディスクを作

製した。

【0056】(実施例8)

磁気ディスク実施例の作製：潤滑剤として実施例4で合成した本化合物(XI, 数平均分子量2000)を用いた以外は実施例5と同様にして実施例8の磁気ディスクを作製した。

【0057】(比較例1)

比較例磁気ディスクの作製：潤滑剤として、前記一般式(IV)で示したポリエーテル化合物(アウジモント社製「FOMBLIN-ZDOL」：数平均分子量2000)を用いた

【0058】(比較例2)

比較例磁気ディスクの作製：潤滑剤として、前記一般式(V)で示したポリエーテル化合物(ダイキン工業社製「DEMNUM SA-1」：数平均分子量2000)を用いた以外は実施例5と同様にして比較例2の磁気ディスクを作製した。

【0059】(比較例3)

比較例磁気ディスクの作製：潤滑剤として、前記一般式\*20

\*(XI)で示したポリエーテル化合物(アウジモント社製「GALDEN MF402」：数平均分子量700)を用いた以外は実施例5と同様にして比較例3の磁気ディスクを作製した。

【0060】(試験1)

CSS耐久性テスト—動摩擦係数の測定：前記実施例5～実施例8、及び比較例1～比較例3の各磁気ディスク(潤滑膜層の膜厚：20Å)のCSS(Contact-Start-Stop)試験を常温常湿(約20℃, 約60%RH)の環境下で行った。CSS試験機には、市販のCSSテスター(交洋製作所製; KT-501)を用い、磁気ヘッドには標準のMRヘッド(DLCコーティング、50%スライダー、荷重2.5g)を用いて10000回のCSS動作を行った。CSS1回の動作とは、5秒間で最高回転数(7200rpm)まで上げ、1秒間保持した後、5秒間で停止させて、その後静止状態で1秒間保持させることをいう。10000回後の動摩擦係数の値を表1に示す。

【0061】

【表1】

	試験1, CCS耐久テスト 動摩擦係数	試験2, CCS耐久テスト 静摩擦係数	試験3, スピンオフテスト 膜厚減少量(%)
実施例5	0.32	0.39	4
実施例6	0.35	0.42	7
実施例7	0.40	0.49	8
実施例8	0.32	0.41	4
比較例1	0.54	1.02	15
比較例2	0.76	4.52	38
比較例3	ヘッドクラッシュ	ヘッドクラッシュ	42

【0062】表1の結果から、実施例5～実施例8の磁気ディスクは、何れも比較例1、比較例2のものより動摩擦係数が改善されていることがわかる。なお、比較例3のものはヘッドクラッシュを起こして使用不可となった。

【0063】(試験2)

CSS耐久性テスト—静摩擦係数の測定：前記実施例5～実施例8、及び比較例1～比較例3の各磁気ディスク(潤滑膜層の膜厚：30Å)のCSS試験を高温高湿(40℃, 80%RH)の環境下で行った。CSS試験機及び磁気ヘッドは前記の(試験1)と同様のものを用いた。10000回の動作後に磁気ディスクと磁気ヘッドとを24時間静置した後の摩擦係数を測定した。測定した静摩擦係数の値を前記の表1に示す。表1の結果から、実施例5～実施例8の磁気ディスクは、何れも比較例1、比較例2のものより静摩擦係数が改善されていることがわかる。なお、比較例3のものはヘッドクラッシュを起こして使用不可となった。

【0064】(試験3)

スピンオフテスト—膜厚減少量の測定：前記実施例5～※50

※実施例8、及び比較例1～比較例3の各磁気ディスク(潤滑膜層の膜厚：30Å)を70℃の温度環境下に回転速度10000rpmで72時間回転させた(スピンオフ)後の潤滑膜層の膜厚減少量を測定した。フーリエ変換赤外分光法(FT-IR)により測定した半径20mmの位置における膜厚減少量を前記の表1に示した。実施例5～実施例8の磁気ディスクでは膜厚減少量が4%～8%となり、何れも比較例1～比較例3より大幅に改善されていることがわかる。

【0065】

【発明の効果】本発明の分子末端にアミノアルコール基を有する新規フルオロポリエーテル化合物を用いて潤滑膜層が形成された本発明の磁気記録媒体は、優れた表面潤滑特性及び耐摩耗性を有し、しかも本発明のポリエーテル化合物からなる潤滑剤を用いることにより、特に磁気ヘッドの低浮上化に対応した平滑な基板の場合であっても、良好な摺動耐久性と長期にわたる充分な安定性とが得られる。従って、本発明の磁気記録媒体は、データ記録密度を増大させることが可能になると共に、長期にわたり信頼性の高いものとなる。



【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係わるハードディスクの一例を示す断面図。

【符号の説明】

1…基板

2…Ni-P層

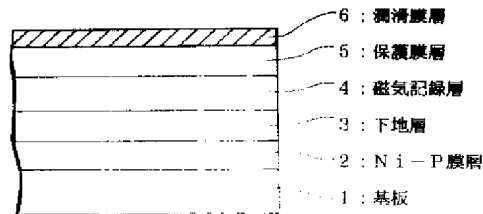
3…下地層

4…磁気記録層

5…保護膜層

6…潤滑膜層

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 小林 一雄  
千葉県市原市八幡海岸通5番の1 昭和電  
工株式会社エレクトロニクス事業本部HD  
研究開発センター内

(72)発明者 井上 長三  
千葉県千葉市緑区大野台1-1-1 昭和  
電工株式会社総合研究所内